

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特許公報 (B2)

(11) 特許番号

第2529299号

(45) 発行日 平成8年(1996)8月28日

(24) 登録日 平成8年(1996)6月14日

(51) Int.Cl.⁹
C 07 C 211/54
211/57
213/08
217/76
255/58

識別記号 庁内整理番号

F I
C 07 C 211/54
211/57
213/08
217/76
255/58

技術表示箇所

発明の数2(全15頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願昭62-266068
(22) 出願日 昭和62年(1987)10月20日
(65) 公開番号 特開平1-85950
(43) 公開日 平成1年(1989)3月30日
(31) 優先権主張番号 特願昭62-98393
(32) 優先日 昭62(1987)4月21日
(33) 優先権主張国 日本 (JP)
(31) 優先権主張番号 特願昭62-142178
(32) 優先日 昭62(1987)6月9日
(33) 優先権主張国 日本 (JP)

(73) 特許権者 99999999
株式会社リコー
東京都大田区中馬込1丁目3番6号
(72) 発明者 島田 知幸
東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式会社リコー内
(72) 発明者 佐々木 正臣
東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式会社リコー内
(72) 発明者 橋本 充
東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式会社リコー内
(74) 代理人 弁理士 佐田 守雄 (外1名)

審査官 佐藤 修

(54) 【発明の名称】 ジエチル芳香族化合物及びその製造法

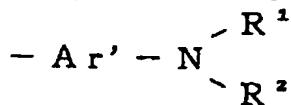
1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式 (I)、

$A - CH_2CH_2 - Ar - CH_2CH_2 - A$ (I)

〔上式中、Arは置換もしくは無置換の芳香族炭化水素基を表し、AはN-置換カルバゾリル基または



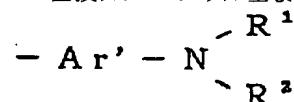
(ただし、Ar'は置換もしくは無置換の芳香族炭化水素基を表わし、R¹及びR²は置換もしくは無置換のアルキル基、または置換もしくは無置換のアリール基である)を表わす〕で示されるジエチル芳香族化合物。

【請求項2】 一般式 (II)、

$A - CH = CH - Ar - CH = CH - A$ (II)

2

〔上式中、Arは置換もしくは無置換の芳香族炭化水素基を表し、AはN-置換カルバゾリル基または



(ただし、Ar'は置換もしくは無置換の芳香族炭化水素基を表わし、R¹及びR²は置換もしくは無置換のアルキル基、または置換もしくは無置換のアリール基である)を表わす〕で示されるオレフィン化合物を還元することを特徴とする一般式 (I)、

$A - CH_2CH_2 - Ar - CH_2CH_2 - A$ (I)

〔上式中、Arは置換もしくは無置換の芳香族炭化水素基を表し、AはN-置換カルバゾリル基または

ン、テトラヒドロフラン及びN,N-ジメチルホルムアミドが好適である。

反応温度及び水素圧は使用する触媒の反応性及び選択性によって広範囲に選択できるが、好ましくは室温、常圧で行う方が安全性、副反応制御という点で有利である。

尚、本発明で出発原料として用いられる一般式(II)で表わされるオレフィン化合物は、ホスホン酸エステル化合物又はトリフェニルホスホニウム塩化合物とアルデヒド化合物との反応による謂ゆる変法ウイッヒ(Wittig)反応又はウイッヒ(Wittig)反応により製造できる。

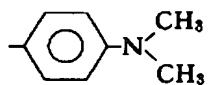
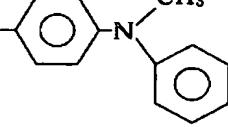
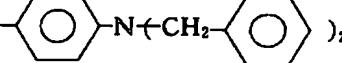
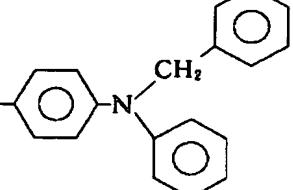
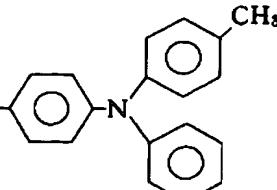
次に実施例より本発明を更に詳細に説明する。

実施例1

1,4-ビス(4-N,N-ジフェニルアミノスチリル)ベンゼン2.50gをテトラヒドロフラン50mlに溶かし、これに5%パラジウム-炭素0.25gを加え、19°C水素圧1気圧で振とう式水素化装置で水素化した。水素化終了後セ

表1 ジエチル芳香族化合物



実施例No	A	融点(°C)	元素分析値(%)実測値/計算値		
			C	H	N
2	 -CH2CH2-A. The benzene ring is substituted with a dimethylamino group (-N(CH3)2)."/>	163.7-165.0	83.90/83.82	8.71/8.66	7.40/7.52
3	 -CH2CH2-A. The benzene ring is substituted with a diphenylmethylamino group (-N(CH3)C6H5)."/>	131.5-132.5	87.21/87.05	7.28/7.31	5.44/5.64
4	 -CH2CH2-A. The benzene ring is substituted with a diphenylmethyl cation (-N+(CH2C6H5)2)."/>	127.0-128.2	88.50/88.71	7.10/7.15	4.05/4.14
5	 -CH2CH2-A. The benzene ring is substituted with a diphenylmethylamino group (-N(CH2C6H5)C6H5)."/>	125.5-127.0	88.90/88.85	6.79/6.83	4.16/4.32
6	 -CH2CH2-A. The benzene ring is substituted with a diphenylmethyl cation (-N(CH2C6H5)2)."/>	92.5-95.0	88.80/88.84	6.85/6.84	4.09/4.32

ライトと共にろ過し、テトラヒドロフランを減圧下留去し、白色結晶を得た。これをシリカゲル-トルエンでカラムクロマト処理し、エタノール-酢酸エチルの混合溶媒から再結晶して白色針状結晶の1,4-ビス[2-(4-N,N-ジフェニルアミノフェニル)エチル]ベンゼン2.18g(収率86.5%)を得た。融点は162.5~163.5°Cであった。

元素分析値(%)

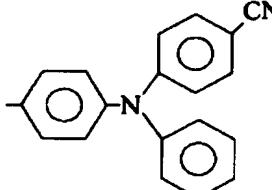
	C	H	N
10 実測値	88.95	6.64	4.30
C ₄₆ H ₄₀ N ₂ としての計算値	88.99	6.50	4.51

この赤外線吸収スペクトル(KBr錠剤法)を第1図に示したが、出発原料であるスチリル化合物における963cm⁻¹のトランスオレフィンのC-H面外変角振動に基づく吸収の消失が認められた。

実施例2~16

実施例1と同様に操作して下記の表1に示すジエチル芳香族化合物を得た。

実施例No	A	融点(℃)	元素分析値(%)実測値／計算値		
			C	H	N
7		118.5-119.0	88.88/88.70	7.12/7.16	4.10/4.14
8		121.3-122.5	88.98/88.71	6.97/7.15	4.08/4.14
9		162.0-162.5	88.67/88.85	6.93/6.83	4.15/4.32
10		125.0-126.0	84.92/84.67	6.68/6.51	4.13/4.12
11		136.8-138.0	81.18/81.05	6.69/6.53	3.62/3.78
12		油状物	80.21/80.00	5.48/5.56	3.98/4.06
13		177.5-180.5	89.74/89.96	6.30/6.15	3.80/3.89
14		192.0-193.0	87.52/87.64	6.91/6.98	5.41/5.38
15		181.5-182.5	90.67/90.87	6.00/6.10	2.89/3.03

実施例No	A	融点(℃)	元素分析値(%)実測値/計算値		
			C	H	N
16		223.0-225.0	86.10/85.93	5.60/5.72	8.12/8.35

実施例17

1,3-ビス(4-N,N-ジフェニルアミノスチリル)ベンゼン3.00gをテトラヒドロフラン60mlに溶かし、これに5%パラジウム-炭素0.60gを加え、26°C水素圧1気圧で振とう式水素化装置で水素化した。水素化終了後セライトと共にろ過し、テトラヒドロフランを減圧下留去し、淡黄色結晶を得た。これを充填剤シリカゲル、展開溶媒トリエン-*n*-ヘキサン(1/27容積比)でカラムクロマト処理した後、エタノール-酢酸エチルの混合溶媒から再結晶して白色針状結晶の1,3-ビス[2-(4-N,N-ジフェニルアミノフェニル)エチル]ベンゼン2.5

7g(収率85.7%)を得た。融点は119.0~120.0°Cであった。

元素分析値(%)

	C	H	N
実測値	89.13	6.46	4.50
$C_6H_{40}N_2$ としての計算値	88.99	6.50	4.51
20	この赤外線吸収スペクトル(KBr錠剤法)を第6図に示したが、出発原料であるスチリル化合物における960cm ⁻¹ のトランスオレフィンのC-H面外変角振動に基づく吸収の消失が認められた。		

紫外吸収スペクトル $\lambda_{max}^{CH_3CN}$ 299nm(ϵ .48000)

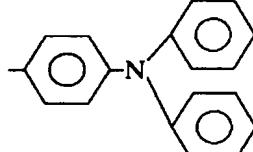
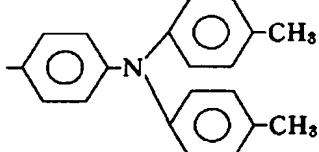
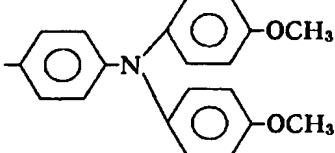
実施例 18~24

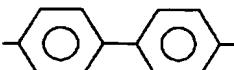
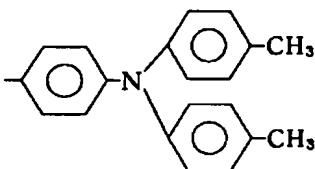
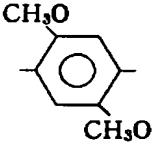
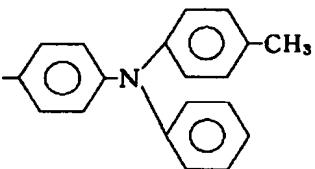
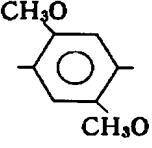
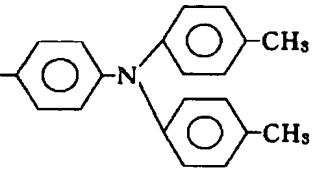
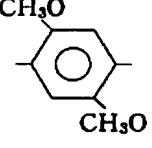
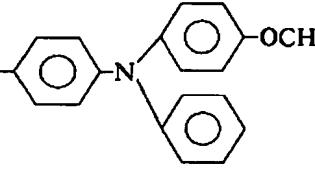
芳香族化合物を得た。

実施例17と同様に操作して下記の表2に示すジエチル

表2 ジエチル芳香族化合物

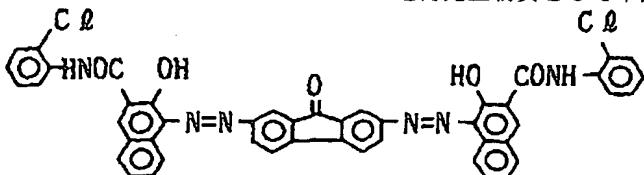


実施例No	Ar	A	融点(℃)	元素分析値(%) 実測値/計算値		
				C	H	N
18			132.0~133.5	88.97/88.99	6.72/6.50	4.29/4.51
19			油状物	88.73/88.71	7.15/7.15	4.20/4.14
20			油状物	81.10/88.05	6.55/6.53	3.60/3.78

実施例No	Ar	A	融点(℃)	元素分析値(%)		
				C	H	N
21			187.0~188.0	89.39/ 89.31	7.06/ 6.97	3.67/ 3.72
22			167.0~168.0	84.84/ 84.70	6.67/ 6.84	3.84/ 3.95
23			200.5~201.5	84.47/ 84.73	6.94/ 7.13	3.81/ 3.80
24			160.0	81.02/ 81.04	6.45/ 6.54	3.64/ 3.78

応用例 1

電荷発生物質として下記ビスアゾ化合物7.5部



及びポリエステル樹脂〔(株)東洋紡績製バイロン200〕の0.5%テトラヒドロフラン溶液500部をポールミル中で粉碎混合し、得られた分散液をアルミニウム蒸着ポリエステルフィルム上にドクターブレードで塗布し、自然乾燥して約1 μm 厚の電荷発生層を形成した。次に電荷輸送物質として実施例7の化合物2部をポリカーボネート樹脂〔(株)帝人製パンライトK-1300〕の10%テトラヒドロフラン溶液20部に溶解し、この溶液を前記電荷発生層上にドクターブレードで塗布し、80°Cで2分間、ついで120°Cで5分間乾燥して厚さ約20 μm の電荷輸送層を形成した。

次にこうして得られた積層型電子写真感光体の可視域での感度を調べるため、この感光体に静電複写紙試験装置〔(株)川口電機製作所製SP428型〕を用い暗所で-6KVのコロナ放電を20秒間行なって帯電せしめた後、20秒

間暗減衰せしめ、この時の表面電位 V_0 (ボルト)を測定し、ついで感光体表面の照度が4.5luxになるようにタンクスランプ光を照射してその表面電位が V_0 の2/1になるまでの時間(sec)を求め、可視域での感度として40半減露光量 $E_{1/2}$ (lux·sec)を算出した。その結果、 V_0 は-1223ボルト、また $E_{1/2}$ は1.23lux·secであった。

応用例 2

電荷輸送物質として実施例24の化合物を使用した以外は、応用例1と全く同じ操作を繰り返した。その結果、 V_0 は-957ボルト、また $E_{1/2}$ は1.07lux·secであった。

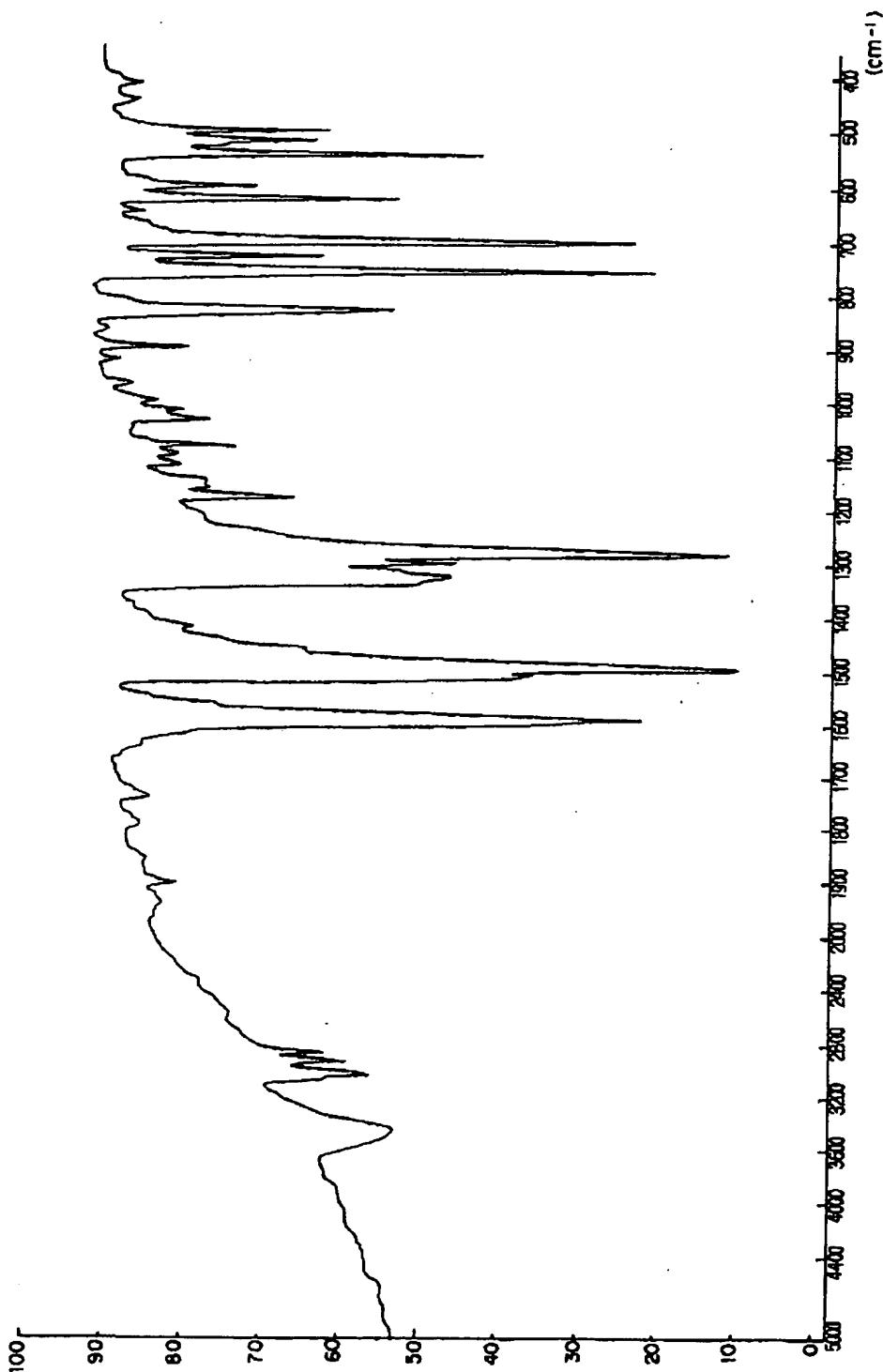
効果

以上の説明から明らかなように、新規な化合物である本発明のジエチル芳香族化合物は電子写真用の有機光導電性材料として有効なものである。

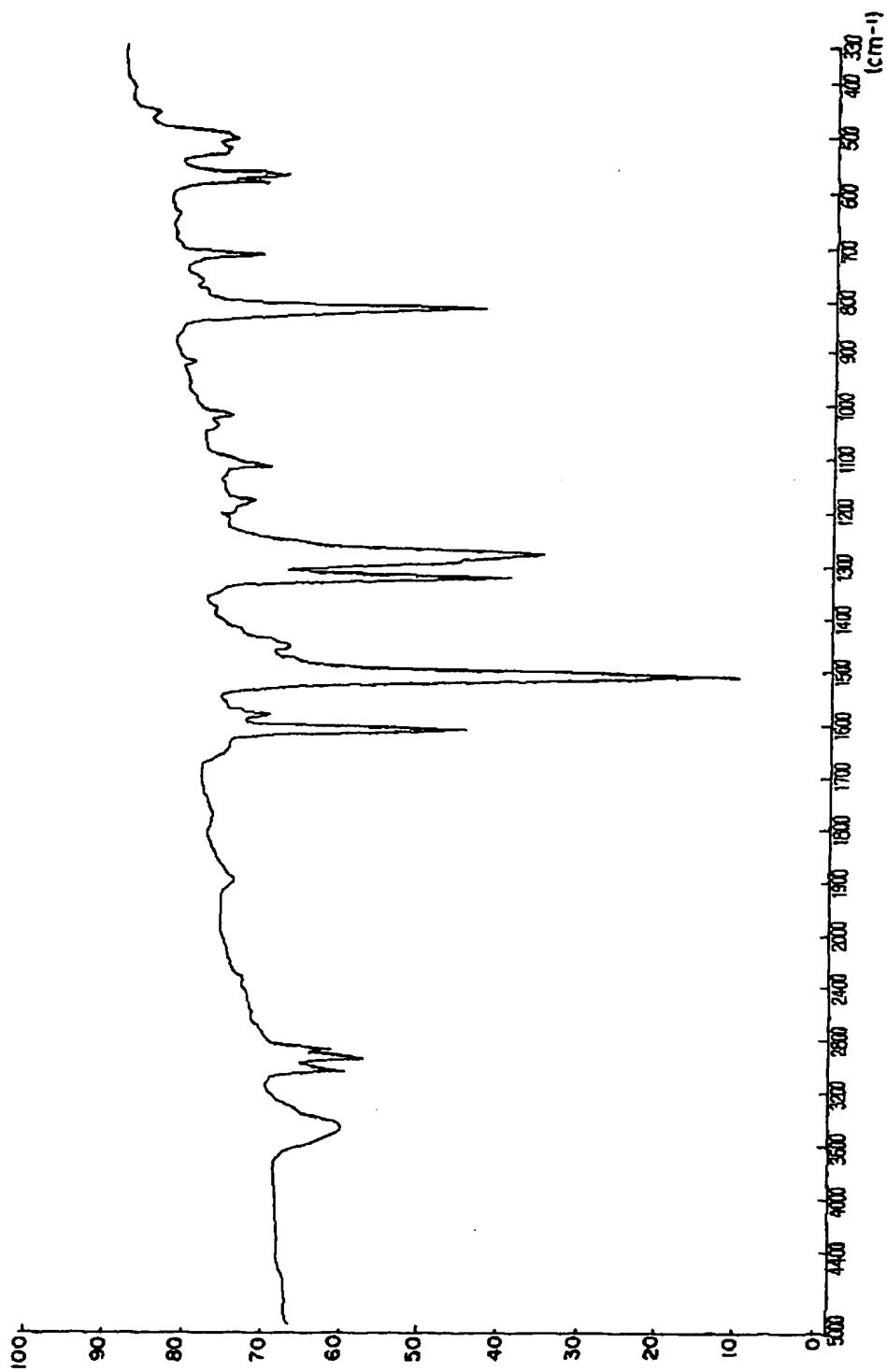
第1図は実施例1で得られたジエチル芳香族化合物；第2図は実施例7で得られたジエチル芳香族化合物；第3図は実施例11で得られたジエチル芳香族化合物；第4図は実施例14で得られたジエチル芳香族化合物；第5図は実施例15で得られたジエチル芳香族化合物；第6図は実

施例17で得られたジエチル芳香族化合物；第7図は実施例21で得られたジエチル芳香族化合物；及び第8図は実施例23で得られたジエチル芳香族化合物のそれぞれの赤外線吸収スペクトル（KBr錠剤法）図である。

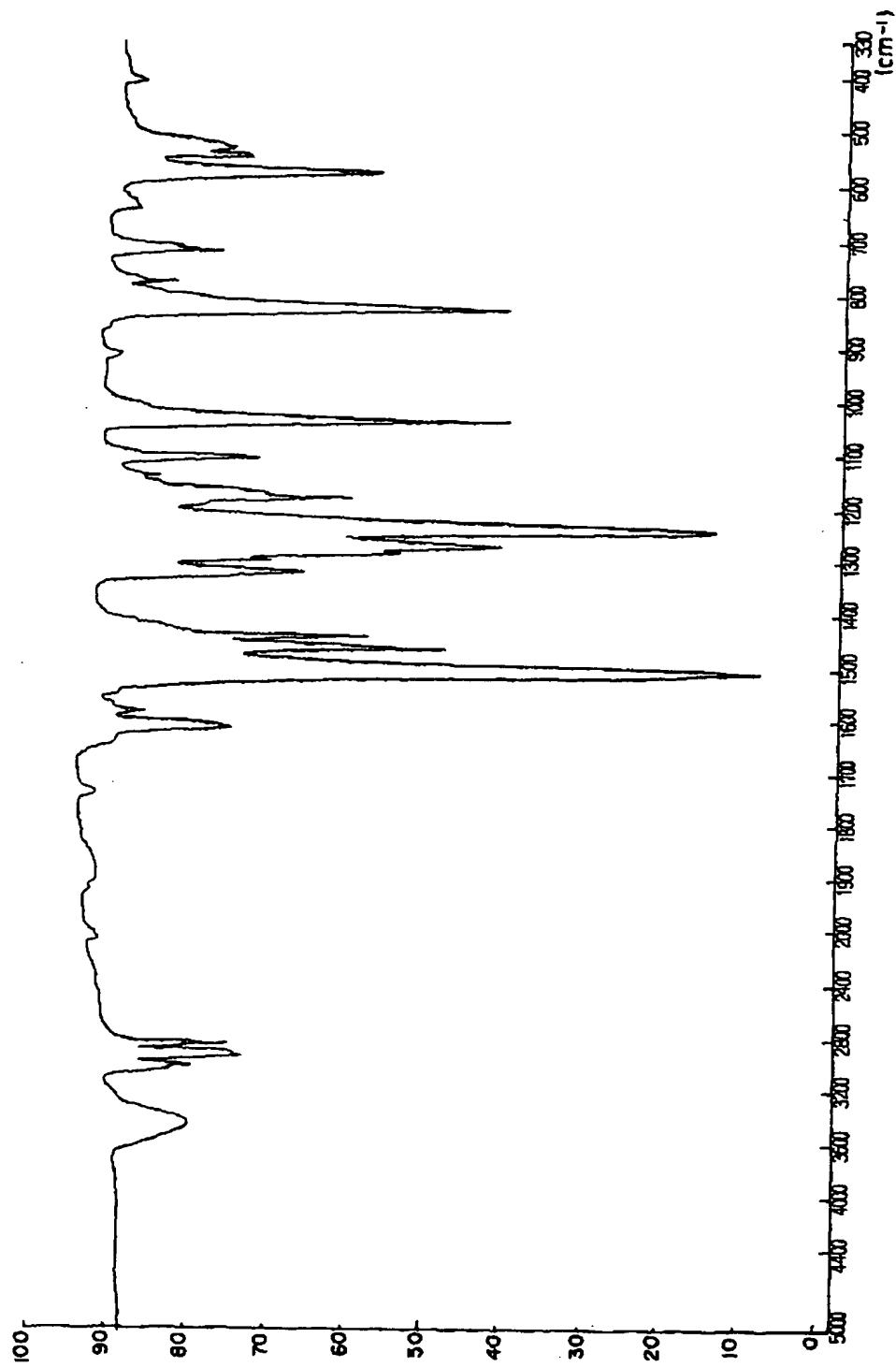
【第1図】



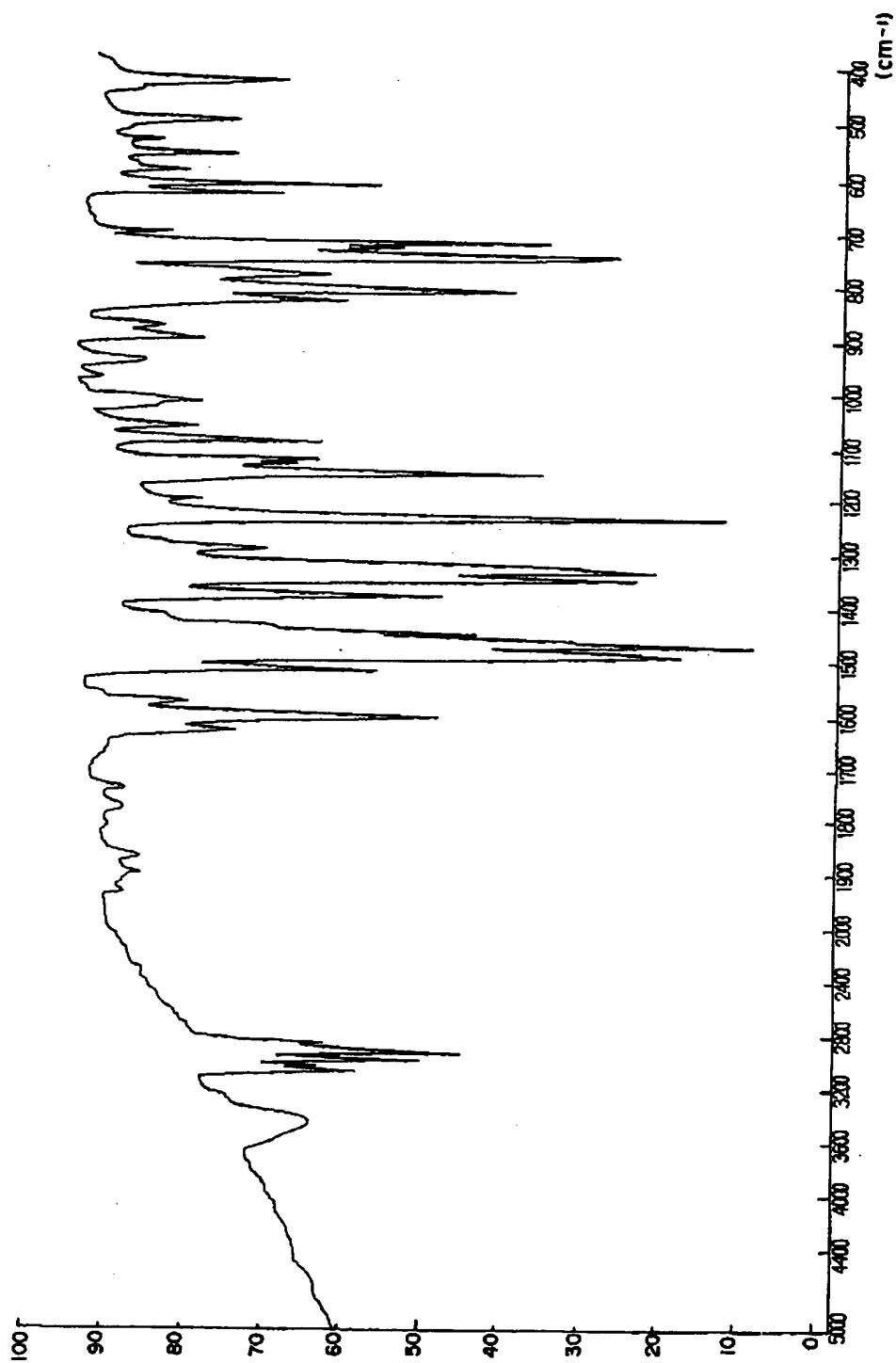
【第2図】



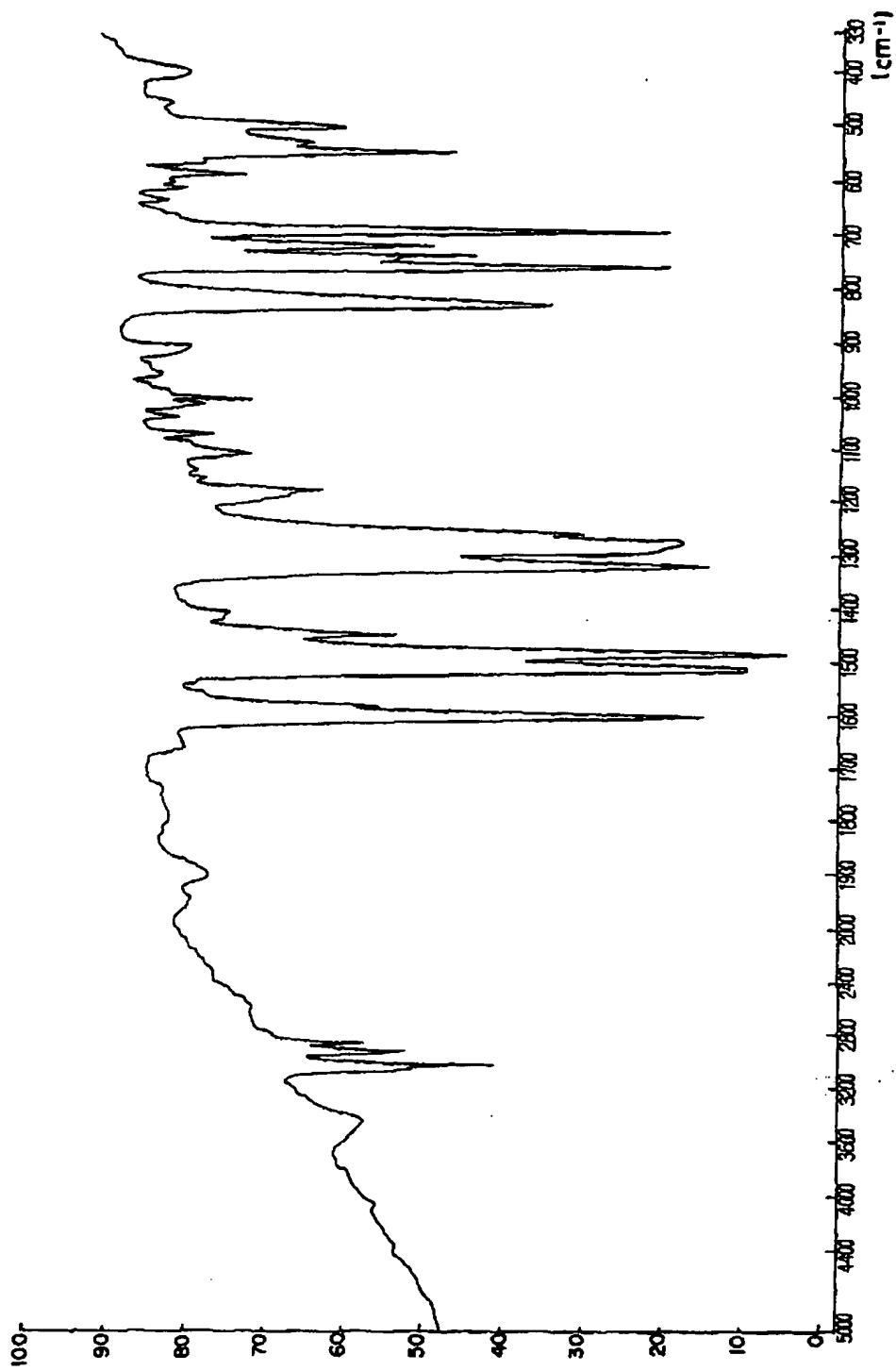
【第 3 図】



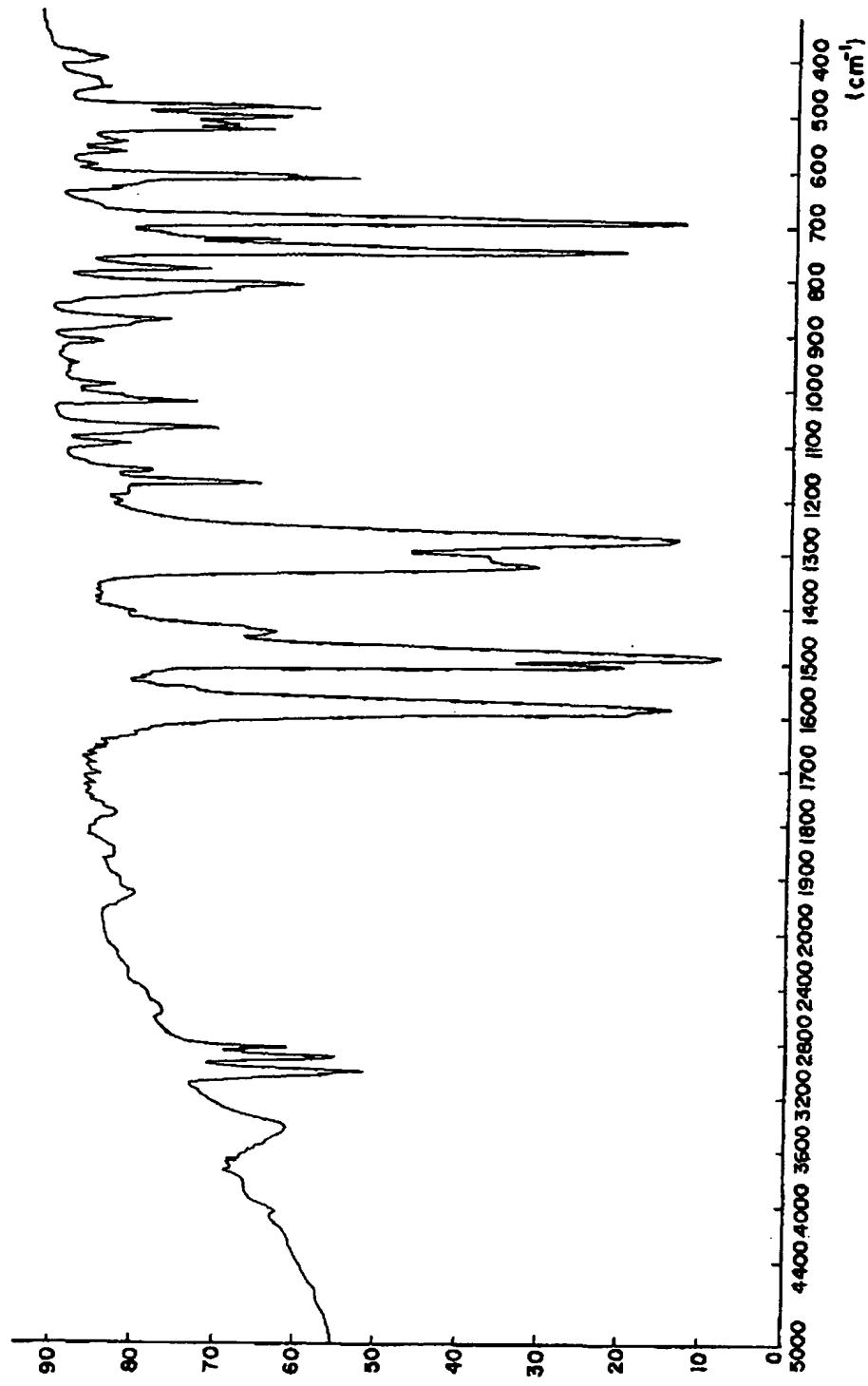
【第4図】



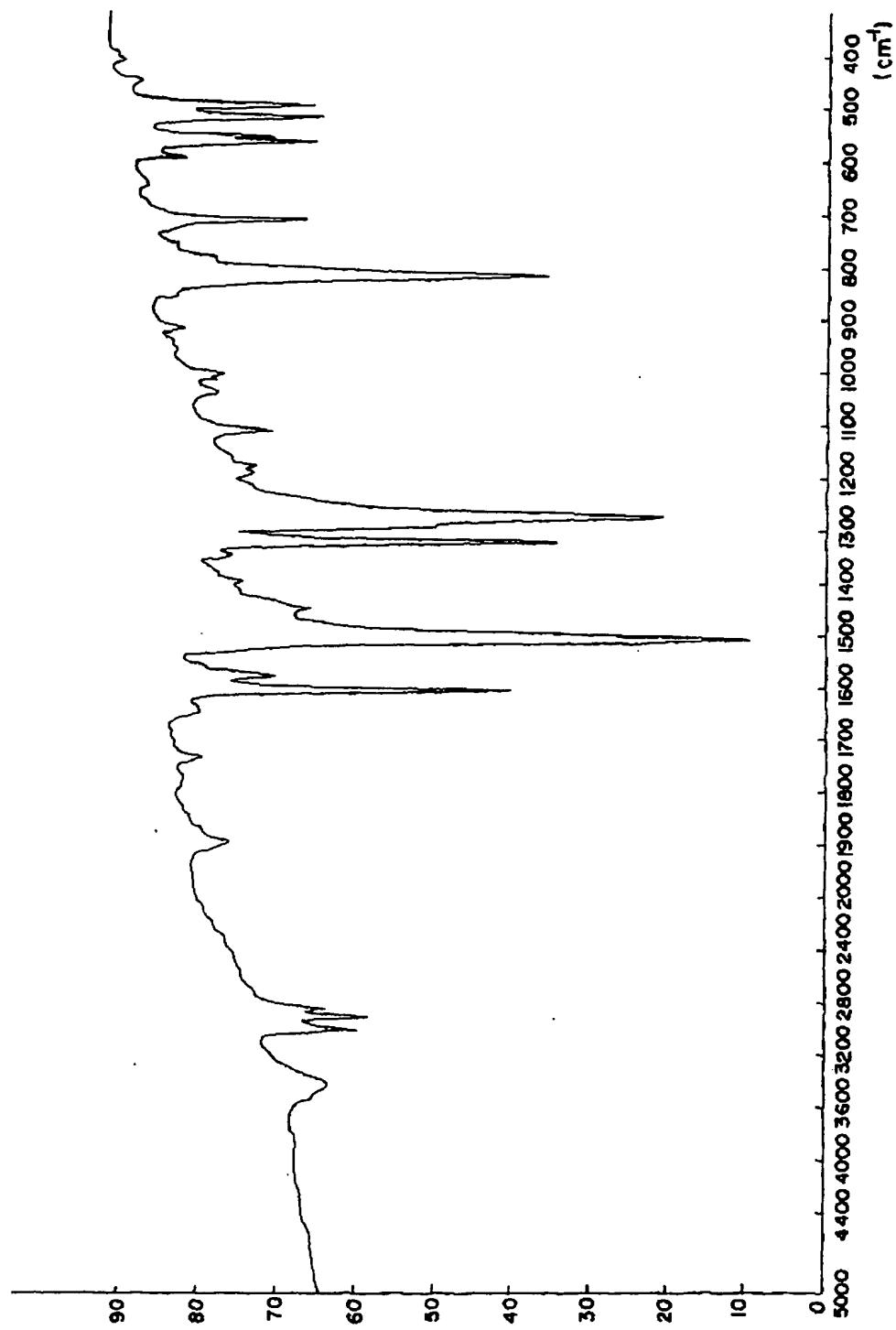
【第5図】



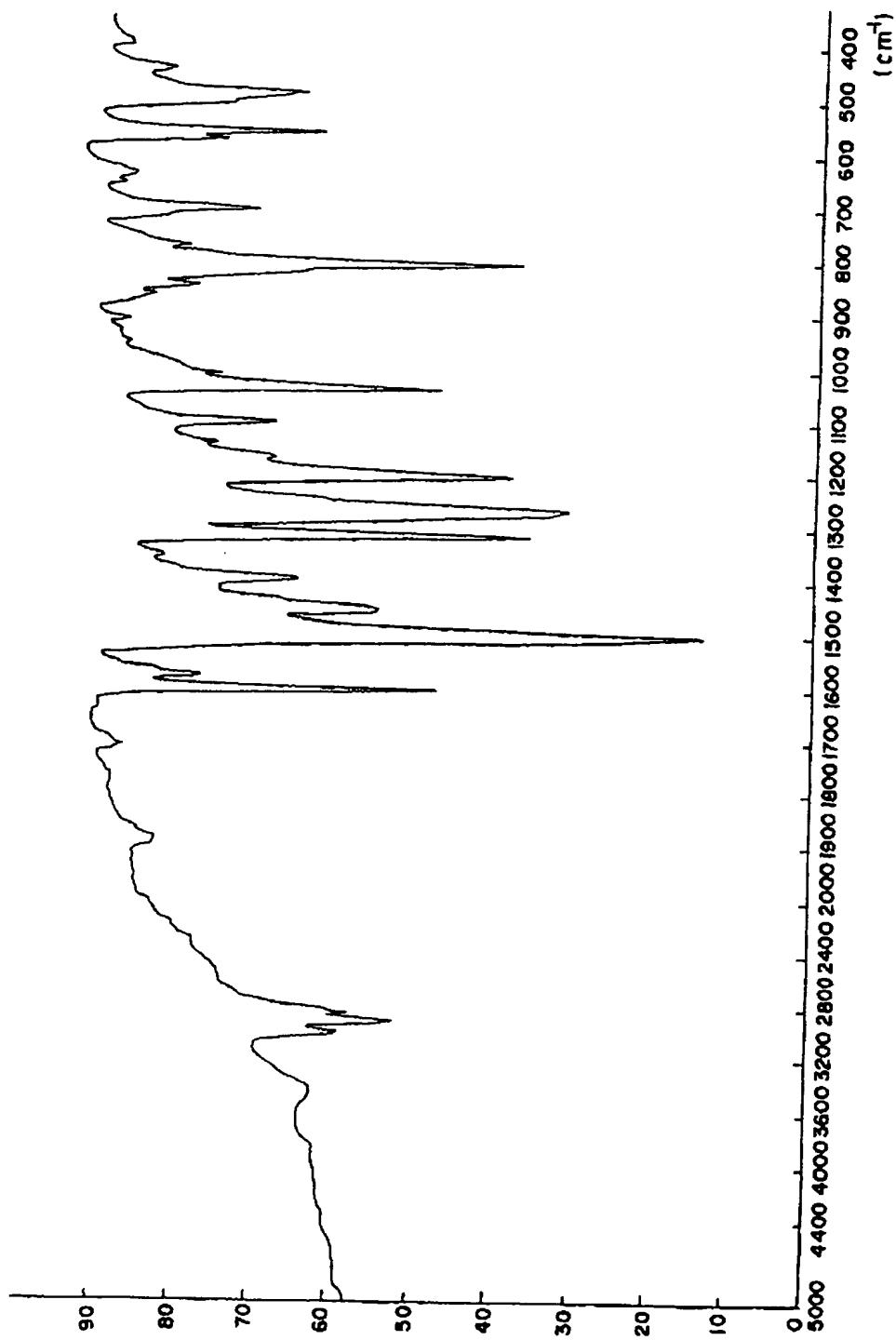
【第 6 図】



【第 7 図】



【第8図】



フロントページの続き

(51)Int.C1.⁶C 0 7 D 209/56
C 0 9 B 57/00

識別記号 庁内整理番号

F I

C 0 7 D 209/56
C 0 9 B 57/00

技術表示箇所

B

(15)

特許 - 2 5 2 9 2 9 9

G 0 3 G 5/06

3 2 0

G 0 3 G 5/06

3 2 0